

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-8330

⑬ Int. Cl.⁹

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)1月16日

H 01 L 21/31
C 23 C 16/44
C 30 B 25/14
H 01 L 21/205

B 6940-5F
8722-4K
7158-4G
7739-5F

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 液状半導体形成材料気化供給装置

⑯ 特 願 平1-143777

⑰ 出 願 平1(1989)6月6日

⑱ 発 明 者 大 山 勝 美 東京都千代田区大手町2丁目6番2号 日立電子エンジニアリング株式会社内

⑲ 出 願 人 日立電子エンジニアリング株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番2号

⑳ 代 理 人 弁理士 梶山 信是 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

液状半導体形成材料気化供給装置

2. 特許請求の範囲

(1) 液状の半導体形成材料を気化して気相反応装置へ供給するための液状半導体形成材料気化供給装置であって、該装置は液状半導体形成材料噴霧機構と、該噴霧機構の霧化半導体形成材料放出口に連通して隣接する加熱気化機構とからなることを特徴とする液状半導体形成材料気化供給装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は液状半導体形成材料の気化供給装置に関する。更に詳細には、本発明は液状半導体形成材料を霧吹き原理により霧状にし、この霧を気化することからなる液状半導体形成材料気化供給装置に関する。

〔従来の技術〕

薄膜の形成方法として半導体工業において一般に広く用いられているものの一つに化学的気相成

長法(CVD: Chemical Vapour Deposition)がある。CVDとは、ガス状物質を化学反応で固体物質にし、基板上に堆積することをいう。

CVDの特徴は、成長しようとする薄膜の融点よりかなり低い堆積温度で種々の薄膜が得られること、および、成長した薄膜の純度が高く、SiやSi上の熱酸化膜上に成長した場合も電気的特性が安定であることで、広く半導体表面のパッシベーション膜として利用されている。

CVDによる薄膜形成は、例えば約400℃～500℃程度に加熱したウエハに反応ガス(例えば、 $SiH_4 + O_2$ 、または $SiH_4 + PH_3 + O_2$)を供給して行われる。上記の反応ガスは反応炉(ベルジャ)内のウエハに吹きつけられ、該ウエハの表面に SiO_2 あるいはフォスフォシリケートガラス(PSG)の薄膜を形成する。また、 SiO_2 とPSGとの2相成膜が行われることもある。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来から使用されてきた反応ガスのモノシラン(SiH_4)は段差被覆性(ステップカバレッジ)の点で若干劣ることが知られている。特に、最近のように集積度が著しく増大すると、回路の極微細加工のためにステップカバレッジが一層重視されるようになってきた。

このため、モノシランに代わって、段差被覆性に優れたテトラエトキシシラン(TEOS)が使用されるようになってきた。しかし、テトラエトキシシランは常温では液状なので、CVDで使用する場合には、気化またはガス化してから供給しなければならない。

液状テトラエトキシシランのガス化のために、従来は第2図に示されるような装置が使用されてきた。第2図において、恒温槽100の中に配置されたバブラー110には液状のテトラエトキシシラン112が貯溜されている。バブラー110の上部にはキャリアガス導入パイプ114が配設されており、パイプの先端はテトラエトキシシランの液面よりも下に埋没されている。また、バブ

ラー110の上部には気化したテトラエトキシシランガスを反応チャンバ(図示されていない)に送るための、送出パイプ116も配設されている。この送出パイプの先端は当然、テトラエトキシシランの液面よりも上にある。更に、送出されるガスの流量を制御するため、送出パイプの途中にはマスフローコントローラ118が配設されている。

第2図に示されるような装置では、恒温槽により液状テトラエトキシシランを一定温度に加熱することにより気化させる方法が採られてきたが、この方法だと、液体が気化する際に気化熱を奪い、液体の表面温度を低下させる。そのため、気体の蒸気圧が低下し、キャリアガス中に含まれるテトラエトキシシランの濃度が低下する。また、液体の表面温度の低下は、恒温槽の熱伝導では追従できないため、テトラエトキシシランの濃度低下は次第に大きくなっていく。

従って、本発明の目的は液状半導体材料を気化させる際に、キャリアガス中の気化材料の濃度を一定に維持しながら該材料を安定に気化供給する

装置を提供することである。

【課題を解決するための手段】

前記目的を達成するための手段として、本発明では、液状の半導体形成材料を気化して気相反応装置へ供給するための液状半導体形成材料気化供給装置であって、該装置は液状半導体形成材料噴霧機構と、該噴霧機構の霧化半導体形成材料放出口に連通して隣接する加熱気化機構とからなることを特徴とする液状半導体形成材料気化供給装置を提供する。

【作用】

前記のように、本発明によれば、液状半導体形成材料を先ず噴霧機で霧状にし、これを加熱機で直接気化させる。このため、キャリアガス中の気化半導体形成材料の濃度を一定に維持することができる。

本発明は、液状半導体形成材料を気化させるために従来のようなバブラーを使用しないので、気化熱による液体表面温度の低下はなくなり、キャリアガス中に含まれる液状材料の濃度低下が防止

できる。

【実施例】

以下、図面を参照しながら本発明を更に詳細に説明する。

第1図は本発明の液状半導体形成材料気化供給装置の一例の概要図である。

第1図において、本発明の液状半導体形成材料気化供給装置は符号1でその全体が表されている。本発明の装置1には、キャリアガス送人パイプ3が配設されている。このパイプは例えば、ステンレスなどから構成されている。このパイプは図示されていないキャリアガス供給源に接続されている。キャリアガスとしては例えば、 N_2 、ArまたはHeなどを使用することができる。また、このパイプ3の先端は径が細められた、いわゆる、オリフィス管5の形状に成形されている。キャリアガス送人パイプ3の途中にはキャリアガス用のマスフローコントローラ7が配設されている。

本発明の装置1は、テトラエトキシシランなどのような液状半導体形成材料の貯溜槽10を有す

る。この貯溜槽10は加圧器としても機能する。従って、貯溜槽10の上部には、槽内圧力を高めるための、加圧ガス送人管12が設けられている。加圧ガス送人管12の途中にはバルブ14が設けられていて、槽内に送り込まれる不活性ガス（例えば、 N_2 、 Ar または He ）の流量をコントロールする。また、槽内圧力を検出するための圧力計18も配設されている。槽内の液状材料18は材料給送管20により前記オリフィス管5部分に送られる。給送管20は例えば、ステンレスからなる。この給送管の一端は貯溜槽10の底部付近に位置し、液状材料中に埋沈されている。他端はオリフィス管5に接続されている。途中には、液状材料用のマスフローコントローラ22とバルブ24が配設されている。

貯溜槽10内の液状半導体形成材料18は加圧ガス送人管12からの不活性ガス等によって加圧され、給送管20に送り出される。その流量は液状材料用マスフローコントローラ22により制御され、バルブ24により供給および供給停止が行

われる。いわゆる、“霧吹き”の原理に従い、キャリアガス送人パイプ3からオリフィス5に向かって高い圧力でキャリアガスを送ると、液状材料給送管20を経て圧送された液体材料は霧状になって、気化室30へ送られる。

前記オリフィス管の先端には霧化された液状材料を気化するための加熱気化室30が連接されている。気化室の内径は比較的大きく、霧化材料は効率的に気化される。気化室30の外周にはヒータ32が捲回されている。熱効率あるいは気化効率を高めるために、気化室およびヒータは全体が断熱材34により被包されている。断熱材の内部には温度センサ36が配設されており、温度センサ36とヒータ32は温度調節器38に接続されている。ヒータは電熱式のものでもよく、あるいは他の形式（例えば、熱媒循環式）のものでもよい。気化室の温度は液状半導体形成材料の分解あるいは燃焼あるいは爆発などを起こすことなく、霧化半導体形成材料を気化させるのに必要十分な温度であればよい。気化室30の出口には適当な径の

パイプ40が接続されており、キャリアガスと液状半導体形成材料の気化ガスの混合物は、このパイプ40により気相反応装置（例えば、プラズマCVD装置など）の反応室（図示されていない）に供給される。

本発明の液状半導体形成材料気化供給装置1を自動運転するために、信号処理回路42が設けられている。信号処理回路42の内部には例えば、CPUと動作プログラムを記憶させたメモリが内蔵されている。前記のキャリアガス用マスフローコントローラ7、液状材料用マスフローコントローラ22とバルブ24、貯溜槽の加圧バルブ14および圧力計18および温度調節器38がこの信号処理回路42に接続されている。本発明の装置はキャリアガス用マスフローコントローラ7と液状材料用マスフローコントローラ22の信号で、演算処理を行い、キャリアガス中の液体材料のガス濃度を自動制御できるようになっている。また、ガス濃度にしたがって気化室30のヒータ32の温度も自動的に制御される。

貯溜槽10には下部液面センサ46が設けられていて、液状材料の残量が少なくなると、適当な補給源（図示されていない）から液状材料が貯溜槽内に補給される。設定液面にまで液状材料が補給されると、上部液面センサ48からの検出信号が信号処理回路に送られ、この信号に基づき、補給が中止される。

以上、本発明をCVD用の液状半導体形成材料気化供給装置として詳細に説明したが、本発明の装置はCVDに限らず、他の気相反応装置（例えば、拡散装置など）についても使用できる。

また、本発明にもとることなく、本発明に対して様々な変更あるいは改変を加えることができる。例えば、貯溜槽10に加圧機構を設けず、オリフィス管の負圧吸引作用だけで液状半導体形成材料を噴霧霧化することもできる。

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、液状半導体形成材料を先ず噴霧機で霧状にし、これを加熱機で直接気化させる。このため、キャリアガス

中の気化半導体形成材料の濃度を一定に維持することができる。

本発明は、液状半導体形成材料を気化させるために従来のようなバブラーを使用しないので、気化熱による液体表面温度の低下はなくなり、キャリアガス中に含まれる液状材料の濃度低下が防止できる。

また、液状半導体形成材料の濃度が一定に保たれるので、生成される膜中の不純物濃度および膜生成速度が安定し、均一な品質を有する膜を安定的に生成することができる。その結果、半導体デバイスの歩留りが大幅に向上される。

4.図面の簡単な説明

第1図は本発明の液状半導体形成材料気化供給装置の一例の概要図であり、第2図は従来の気化供給装置の概要図である。

1…本発明の液状半導体形成材料気化供給装置、
3…キャリアガス送入パイプ、5…オリフィス管、
7…キャリアガス用マスフローコントローラ、
10…液状半導体形成材料貯溜槽、12…加圧ガ

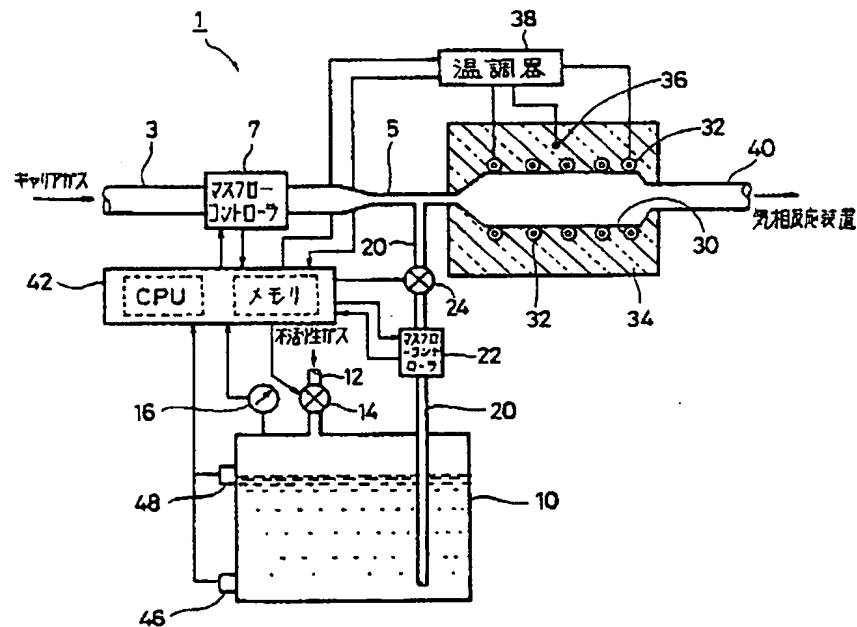
ス送入管、14…バルブ、18…圧力計、
20…液状半導体形成材料給送管、22…液状半導体形成材料用マスフローコントローラ、
24…バルブ、30…気化室、32…ヒータ、
34…断熱材、36…温度センサ、38…温度調節器、
40…気化ガス送出パイプ、42…信号処理回路、
46…下部液面センサ、48…上部液面センサ

特許出願人

日立電子エンジニアリング株式会社

代理人 弁理士 堀 山 信 是
弁理士 山 本 富士男

第 1 図



第2図

